

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

特許第3312838号

(P3312838)

(45) 発行日 平成14年 8月12日 (2002. 8. 12)

(24) 登録日 平成14年 5月31日 (2002. 5. 31)

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

F I

B 0 1 D 63/02

B 0 1 D 63/02

65/10

65/10

請求項の数 2 (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平8-27295

(22) 出願日 平成 8 年 1 月 22 日 (1996. 1. 22)

(65) 公開番号 特開平9-192457

(43) 公開日 平成 9 年 7 月 29 日 (1997. 7. 29)

審査請求日 平成12年 9 月 21 日 (2000. 9. 21)

(73) 特許権者 000004385

エヌオーケー株式会社

東京都港区芝大門 1 丁目 12 番 15 号

(72) 発明者 赤堀 英雄

神奈川県藤沢市辻堂新町 4-3-1 エヌ

オーケー株式会社 内

(74) 代理人 100085006

弁理士 世良 和信 (外 2 名)

審査官 真々田 忠博

(56) 参考文献 特開 昭62-140607 (J P, A)

特開 平 8-257375 (J P, A)

特開 昭55-70258 (J P, A)

(58) 調査した分野 (Int.Cl.⁷, D B 名)

B01D 63/02

B01D 65/10

(54) 【発明の名称】 中空糸膜の検査方法及び中空糸膜モジュールの検査方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 中空糸膜の膜の外周表面を加圧して膜の欠陥部をつぶして膜の内径流路を閉塞させ、前記中空糸膜の一方の開口端から中空糸膜の内径流路に流体を供給し、他方の開口端において前記内径流路を通過した流体を検出し、流体が検出されない中空糸膜を、膜に欠陥部の存在するものとして特定することを特徴とする中空糸膜の検査方法。

【請求項 2】 中空糸膜の束を筒状のケース内に装填し、ケース両端部において中空糸膜の束の端末を開口した状態で封止する封止部を備えた中空糸膜モジュールの検査方法において、前記ケース内部を加圧して中空糸膜の欠陥部をつぶして膜の内径流路を閉塞させ、

前記中空糸膜モジュールの一方の封止部から中空糸膜に流体を供給し、他方の封止部において前記中空糸膜を通過した流体を検出し、流体が検出されない前記封止部の部位を、欠陥部の存在する中空糸膜の開口端末の位置として検出することを特徴とする中空糸膜モジュールの検査方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、中空糸膜の欠陥を検出する方法及び、中空糸膜の束をケース内に装填した中空糸膜モジュールの欠陥を検出する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来より、ケース内に挿入された多数本の中空糸膜を、ケース開口部にて各中空糸膜の端末を開口させた状態で封止剤により封止して封止部を形成し、

この封止部によりケース内部と外部を隔離して、供給されるろ過対象流体の中に混在する除去対象物質（微粒子成分）等を中空系膜の膜によりろ過して取り除く中空系膜モジュールが知られている。

【0003】このような中空系膜モジュールでは、例えば純水の製造、用水の滅菌・除濁、排水処理あるいは油水分離等に用いられ、中空系膜の欠陥や損傷（ピンホールや亀裂、あるいは切断）等による微小リークでさえ、中空系膜モジュールを使用するシステムに致命的な影響を与えることがある。従って、中空系膜モジュールの信頼性を向上・確保することは重要な課題である。

【0004】中空系膜のリーク欠陥を検出する方法としては、一例として中空系膜を適切な液体（水あるいはアルコール水溶液等）で濡らした状態で、中空系膜の膜の外側から内側あるいは内側から外側へ所定圧力のエアを供給し、その際のエア流量を測定してリークの有無を検出する方法が採用されている。

【0005】この方法において、中空系膜の膜の外側から内側へエアを通過させる場合には、封止端面でのエア透過流量の大小でリーク欠陥のある中空系膜を特定することが可能である。なお、この時のエア圧を中空系膜モジュールの使用される圧力程度に設定することで耐圧検査も兼ね合わせて行うことが可能である。

【0006】また具体的な検出方法としては、例えば特公平2-14084号公報に開示されたもので、中空系膜モジュールの各中空系膜の端末の開口部より減圧吸引し、中空系膜の外表面より微粒子を含むエアを流入させ、開口部から吸引したエアをパーティクルカウンタを通過させ、その吸引エア中の塵等の微粒子の数を測定して欠陥の有無を検出する方法がある。

【0007】さらにその他の例として、特開昭53-1

34776号公報に開示されたもので、中空系膜の外面にガスを供給し、その中空系膜の開口端部の欠陥箇所よりガスを漏洩させ、光学システムを用いてその漏洩ガスの流出状況に応じた屈折現象により欠陥の有無を検出する方法がある。

【0008】そして上記に例示されたような欠陥検出方法によって検出された欠陥の補修方法としては、例えば特開昭53-134776号公報等に開示されたもので、流動性を備えた封止剤を開口端面のその欠陥位置に滴下して封止する方法が一般的に採用されている。

【0009】しかしながら、上記のような検査方法では完成直後の中空系膜モジュールの状態を検査する方法としては効果的であるが、中空系膜にこのような検査では検出されないもので、使用時の実際に圧力負荷が繰り返しかかった場合に発現する内包的な膜欠陥がある場合には、これを検出することができない。

【0010】つまり、初期的な静圧による検査方法では膜の内包的（潜在的）な欠陥部分を検出（あるいはリークさせる）ことができず、これをそのままシステムに使用してしまうと実際の運転途中に内包的な欠陥が実害ある欠陥として発現してしまうことになる。従って、このような内包的な欠陥に関しては実際の使用に近似させた圧力等の負荷をかけた状況下での耐久検査を行う必要があった。

【0011】一般的に膜欠陥の種類としては、偏肉、膜厚の局所的に薄いもの、膜つぶれ・偏平等があり、これらの欠陥のリーク影響度と、初期的な静圧による検査方法により検出可能か否かを表1にまとめる。

【0012】

【表1】

欠陥モード	リークへの影響度		静圧による検査方法で検出可能な欠陥か
	初期耐圧	耐久耐圧	
偏肉	影響大	影響大	検出可能
膜厚の局所的に薄いもの	影響大	影響小	検出可能
膜つぶれ・偏平	影響中	影響大	検出不可能

従って、表1によると膜つぶれ・偏平に対しては初期的な静圧による検査方法では上記の理由により膜の欠陥部分を検出することが不可能である。

【0013】膜つぶれ・偏平においてのリーク発生のメカニズムは、一旦つぶれて変形してしまった中空系膜は実際のシステムの運転中に内圧（膜の外側から内側へ

過する「外圧ろ過」の場合は逆洗時、また、膜の内側から外側へろ過する「内圧ろ過」の場合はろ過時）がかかった場合に、膨らんで正常な形態へと戻るが、外圧が加わった場合にはまたつぶれてしまう。これが繰り返されることにより膜つぶれの部位に屈曲による疲労が発生して最終的に破断に到ることになる。但し、膜つぶれ・偏

平等の欠陥が発生していない正常な部位においては、内圧及び外圧の繰り返し負荷によっても形態が変化せずにつぶれず、ダメージを受けることはない。

【0014】また、つぶれのように明らかな膜変形ではなく、微小な折れや偏平等の何らかの膜欠陥を有する場合にも、ろ過と逆洗あるいはろ過と停止の繰り返しの際に、中空糸膜自体の膨張と圧縮の繰り返しとなるので、膜の破断が発生し易くなる傾向がある。

【0015】

【発明が解決しようとする課題】以上のことから、より信頼性の高い中空糸膜モジュールを得るには、全く欠陥の存在しない中空糸膜モジュールを製作すること、もしくは製作された中空糸膜モジュールの検査方法を静圧的な検査のみならず、繰り返し圧力負荷を加えることによって検出される内包的な膜の欠陥まで検出・特定して補修することが必要となる。

【0016】従って、製造工程の改善等で可能な限り欠陥を発生させないようにすると共に、検査としては、静圧的な検査と実使用に近似させた形態で中空糸膜モジュールに繰り返し圧力負荷をかける耐圧耐久検査が必要となっている。

【0017】しかしながら、この耐圧耐久検査により膜つぶれ・偏平等の欠陥部分をリークさせるためには、その欠陥の程度に応じた検査時間（圧力負荷の繰り返し回数）が必要となる。この検査時間を短縮するためには、圧力負荷の1サイクルあたりの時間を短縮する方法や、検査時の流入流体の温度を高める等の方法が採用されているが、大幅な時間の短縮は望めない。

【0018】例えば、外径1.4mm、内径0.8mmの中空糸膜（ポリスルホン限外ろ過膜で分画分子量50000のもの）では、1サイクル当たり内圧ろ過60秒、外圧ろ過60秒の繰り返しを行う耐圧耐久検査では欠陥を発現させるために2時間から8時間もの検査時間を必要としてしまい、検査工程に多大な時間と費用がかかり経済的ではなかった。

【0019】本発明は上記従来技術の問題を解決するためになされたもので、その目的とするところは、静圧的な検査では検出することの不可能な、内包的な欠陥を検出する方法において、簡単な構成で短時間に検出することが可能な検査方法を開示することにある。

【0020】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために本発明にあっては、中空糸膜の膜の外周表面を加圧して膜の欠陥部をつぶして膜の内径流路を閉塞させ、前記中空糸膜の一方の開口端から中空糸膜の内径流路に流体を供給し、他方の開口端において前記内径流路を通過した流体を検出し、流体が検出されない中空糸膜を、膜に欠陥部の存在するものとして特定することを特徴とする。

【0021】また、中空糸膜の束を筒状のケース内に装

填し、ケース両端部において中空糸膜の束の端末を開口した状態で封止する封止部を備えた中空糸膜モジュールの検査方法において、前記ケース内部を加圧して中空糸膜の欠陥部をつぶして膜の内径流路を閉塞させ、前記中空糸膜モジュールの一方の封止部から中空糸膜に流体を供給し、他方の封止部において前記中空糸膜を通過した流体を検出し、流体が検出されない前記封止部の部位を、欠陥部の存在する中空糸膜の開口端末の位置として検出することを特徴とする。

【0022】従って、加圧することによってつぶれて中空糸膜の内径流路を閉塞する欠陥部を備えた中空糸膜を特定することが可能となる。

【0023】

【発明の実施の形態】以下に本発明による中空糸膜及び中空糸膜モジュールの検査方法及びその装置を図示の実施の形態に基づいて説明する。

【0024】図1は、検査対象となる中空糸膜モジュール1であり、ハウジングケース2の内部に中空糸膜3を備えている。中空糸膜3の端末はハウジングケース2の両端部において、端末を開口した状態で封止部4a、4bにより封止されている。

【0025】この中空糸膜モジュール1は膜の内側から外側へろ過する内圧ろ過方式であり、両端の開口端5a、5bのいずれか一方あるいは交互にろ過対象流体を中空糸膜3の内径流路に流入させる。膜を透過した透過流体はハウジングケース2の内部から流出口6a、6bを経て中空糸膜モジュール1から流出する。

【0026】このような構成の中空糸膜モジュール1の検査方法を図2に基づいて説明する。まず、中空糸膜モジュール1内部の各中空糸膜3の切断部や破損箇所を検査する通常の静圧的なリーク検査では、図2(a)のように流出口6aから加圧エアA3を供給する（流出口6bは蓋部材6cにより塞がれている。）この時、各中空糸膜のうちいずれかに切断部や破損箇所（リーク箇所）がある場合には、その部分から著しいエアの透過が起こる。このエアは、この中空糸膜の内径流路を通過して開口端5a及び5bの両方から流出することとなる。この流量を測定または検知することで、リークの有無を検出することが可能である。

【0027】各中空糸膜の開口端末から流出するエアの検出方法は、図示される動圧力計10の検出微細管10aを開口端5aの各中空糸膜の開口端末に近接させることにより検出することが可能である。また、上記静圧的なリーク検査方法でのエアの検出方法では、測定器具に頼らず、開口端末に水や中性洗剤水溶液を滴下して、それが吹き飛ばされるか否かを目視で確認することによっても可能である。

【0028】次に、本発明の課題としている静圧的な検査では検出することの不可能な、内包的な欠陥を検出する方法を説明する。図2(a)において、ハウジングケ

ース2の内部を一定の圧力に加圧することで、各中空系膜の外周表面を加圧して膜の欠陥部をつぶすために、流出口6bを蓋部材6cにより塞ぎ、流出口6aから加圧エアA3を流入させる。

【0029】この状態で検出エアA1を開口端5bから各中空系膜3の内径流路へと供給する。図2(b)は加圧された中空系膜モジュール1の内部の状態を説明する図である。正常な中空系膜3cは各々の内径流路が確保されているので反対側の開口端5aから検出エアA2が流出している。ところが、膜つぶれ等の欠陥部3bを持つ欠陥部を有する中空系膜3aは、欠陥部3bが加圧エアA3の圧力によりつぶれてその内径流路を閉塞させてしまい、検出エアA1が反対側の開口端5aから流出しない。

【0030】先述した動圧力計10の検出微細管10aを開口端5a表面を移動させ、検出エアの流出していない中空系膜を見つけることで、欠陥部を有する中空系膜3aを特定することが可能である。

【0031】また、各々の中空系膜の開口から検出エアが流出しているか否かを検出する方法としては、動圧力計による方法に限定されるものではなく様々な方法を採用することが可能である。例えば、熱線流速計を検出微細管10aの代わりに利用したり、特願平4-316480に記載されるような、微粒子を含む検出エアを供給して、この微粒子を光学的に検出する方法等（レーザビーム走査式微粒子検出法）も採用することが可能である。

【0032】そして、検出された欠陥部を有する中空系膜3aを接着剤等で補修することで短時間の検査により信頼性の高い中空系膜モジュールを得る事ができる。

【0033】

【実施例】上記の実施の形態による効果を確認する為に、本発明を適用した検査方法（加圧検査方式）による検査と、従来の方法による検査（耐久検査方式）との比較を行った。

【0034】（加圧検査方式）図2(a)に示した中空系膜モジュール1（有効長さ1m、膜面積6m²）に故意に膜つぶれの欠陥部を有する中空系膜の糸を一本混入させて製作し、3kg/cm²の加圧エアA3を供給した状態で、検出エアA1を開口端5bから供給し、反対側の開口端5aで流出する検出エアA2の流量レベルを動圧力計10により検出する。

【0035】欠陥部を有する中空系膜の糸は、開口端5aの検出エアA2の流量レベルが低い位置に開口を持つ中空系膜として特定され、この中空系膜を補修した。

【0036】補修した後に、中空系膜モジュール1に70℃の温水をそれぞれ2kg/cm²の内圧と外圧となるように60秒毎に繰り返して負荷させる耐久検査を行ったが、60時間経過後まではリークの発生は起こらなかった。

【0037】このことは、短時間の加圧検査により、膜つぶれの欠陥部は確実に検出され、しかもその他の中空系膜には欠陥が存在しなかったことが、短時間で確認されたことを意味する。

【0038】（耐久検査方式）加圧検査との比較を行う意味で、上記と同じように故意に膜つぶれの欠陥部を有する中空系膜の糸を一本混入させて中空系膜モジュールを製作する。

【0039】この中空系膜モジュールに、70℃の温水をそれぞれ2kg/cm²の内圧と外圧となるように60秒毎に繰り返して負荷させる耐久検査を行った。結果は4時間経過した後に欠陥部からリークの発生が起き、この欠陥部を有する中空系膜の糸は、開口端5aの検出エアA2の流量レベルが低い位置に開口を持つ中空系膜として特定された。

【0040】そして、この欠陥部を有する中空系膜を補修した後に、上記と同じ耐久検査を再度行ったところ、60時間経過後まではリークの発生は起こらなかった。

【0041】このことは、膜つぶれの欠陥部は耐久検査により欠陥として発現させて検出することが可能であるが、検出するまでの時間が長時間であり、しかも欠陥部を欠陥として確実に発現させることが困難である。従って、本発明による加圧検査方式と同等の信頼性を確保するためには長時間の検査が必要である。

【0042】

【発明の効果】本発明によれば、静圧的な検査では検出することの不可能な内包的な欠陥、すなわち加圧することによってつぶれて中空系膜の内径流路を閉塞する欠陥部を備えた中空系膜を、短時間の検査により確実に特定することが可能となり、信頼性の高い中空系膜及び中空系膜モジュールを得ることが可能となる。

【図面の簡単な説明】

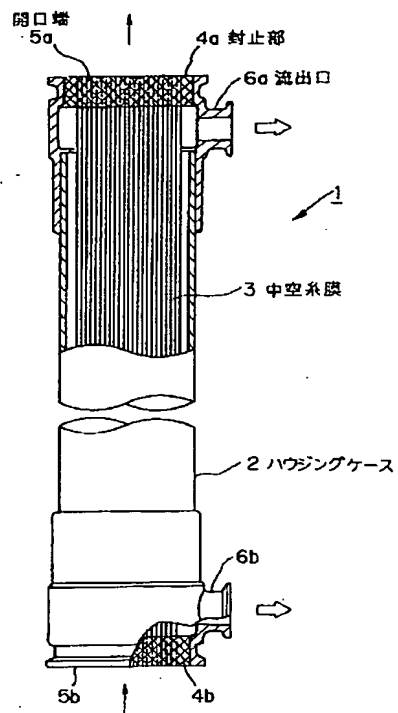
【図1】図1は本発明による検査方法を適用する中空系膜モジュールの一例の一部断面切断説明図である。

【図2】図2は、中空系膜モジュールの欠陥検査方法の概要説明図。

【符号の説明】

- 1 中空系膜モジュール
- 2 ハウジングケース
- 3 中空系膜
- 3a 欠陥部を有する中空系膜
- 3b 欠陥部
- 3c 正常な中空系膜
- 4a, 4b 封止部
- 5a, 5b 開口端
- 6a, 6b 流出口
- 10 動圧力計
- A1, A2 検出エア
- A3 加圧エア

【図1】



【図2】

